



Caractérisation des boues d'épuration par des méthodes spectroscopiques

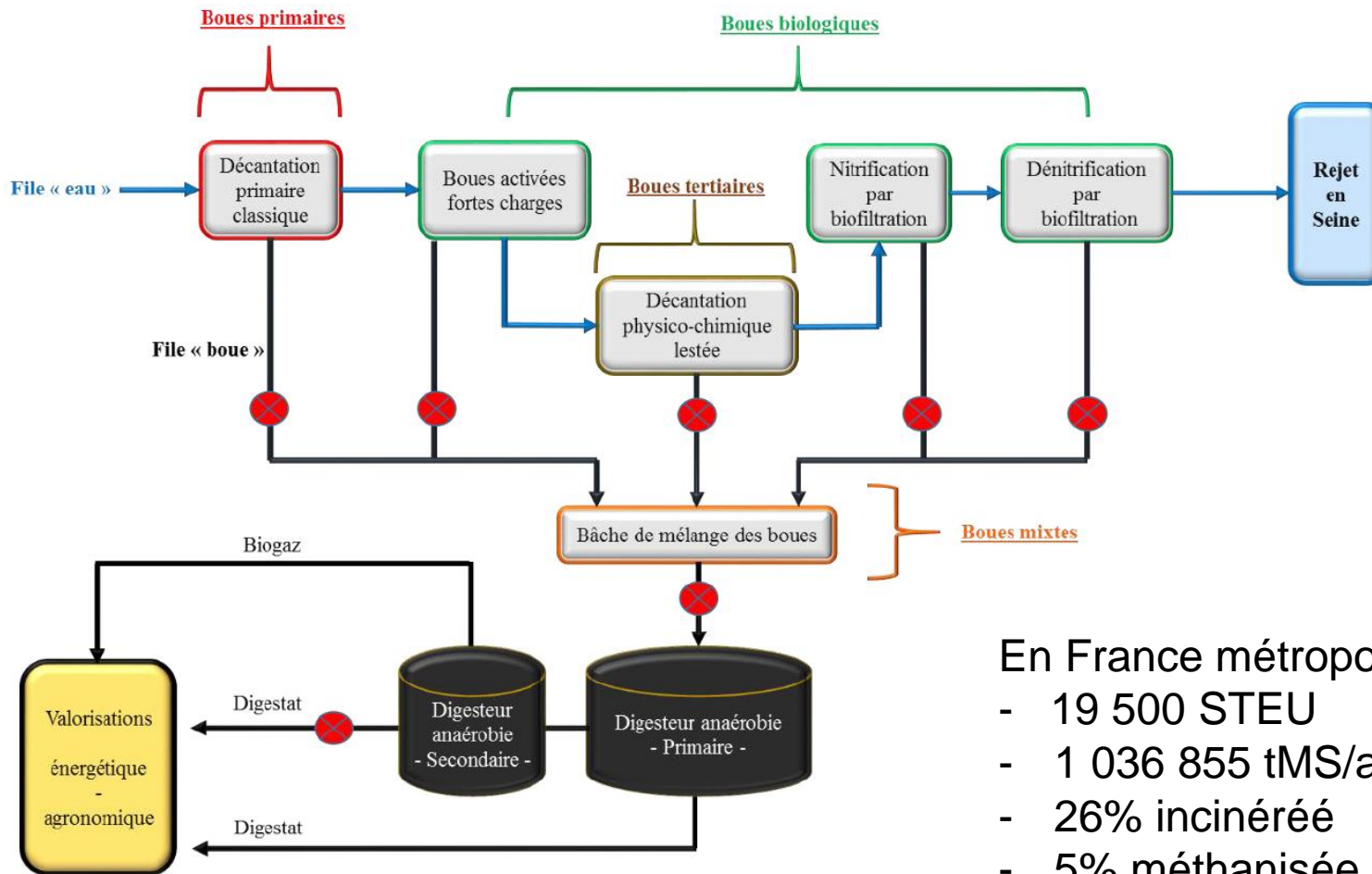
Maxime Dechesne (3^{ème} année)

• Vendredi 25 septembre 2020



Réservoir à biogaz
(STEU SIAAP
Seine amont)

- **Loi transition énergétique pour la croissance verte** : réduire l'utilisation des énergies fossiles de 30 % à l'horizon 2030
- **Valorisations des déchets organiques** : biodéchets des industries agro-alimentaires, déchets végétaux de jardin ou de parc, boues de stations d'épuration, fumier...
- **Valorisation par la méthanisation (digestion anaérobie)** pour la production de biogaz



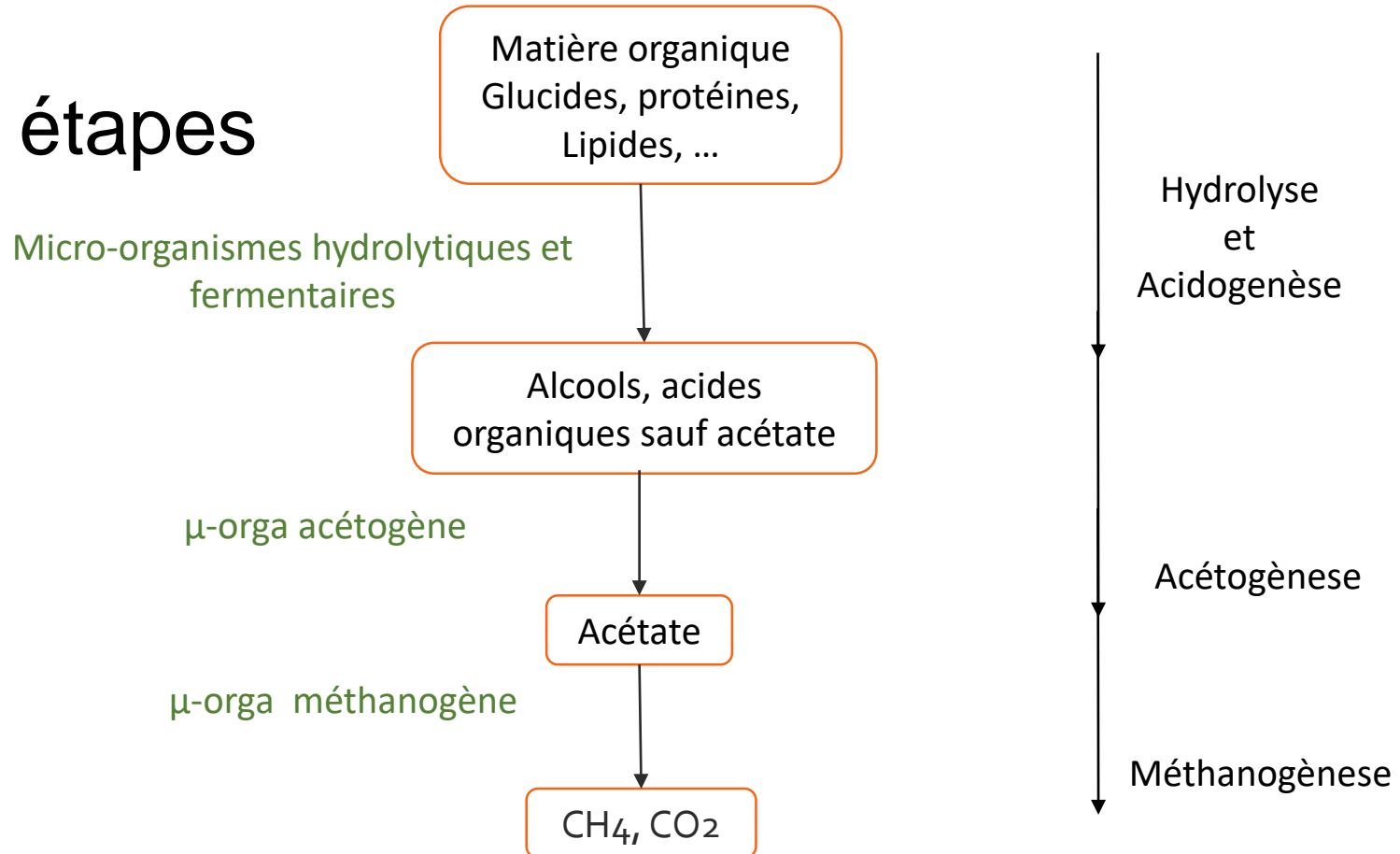
En France métropolitaine:

- 19 500 STEU
- 1 036 855 tMS/an de boue
- 26% incinéré
- 5% méthanisée (2018)

Schéma de la filière de traitement des boues

● Procédé biologique

● 4 étapes



Grands besoins industriels des STEU :

- 1. Déterminer de façon **rapide** les paramètres physico-chimiques des intrants (pour la co-digestion) ainsi que des digestats (pour la valorisation)
- 2. Détecter durant la méthanisation de façon précoce les dysfonctionnements et prendre les dispositions pour rétablir la situation si besoin

→ Fiabiliser le fonctionnement

- **Mieux caractériser les intrants: boues et autres biodéchets** (paille, crottin, ordure ménagère,...) :
 - Le **potentiel méthanogène** (BMP) → définir la quantité maximale de méthane produit par une quantité de matière organique
 - La **composition** (AGV, DCO,...) → optimiser et maximiser le rendement le mélange boue/co-substrat
 - La **biodégradabilité** (cinétiques) → définir le temps de séjour des boues requis pour une production donnée de biogaz dans le réacteur
 - Le **comportement mécanique** des boues (rhéologie) → gérer le transport (la viscosité)

- Caractérisation longue et parfois compliquée
 - BMP, cinétique du rendement ou composition → mesures longues, notamment pour le BMP (plus de **30 jours**)
- Or pour optimiser le fonctionnement des digesteurs (par ex. le suivi des AGV) → mesures rapides (voire en temps réel)



Système de mesure du BMP : AMPTS

Grands besoins industriels des STEU :

- 1. Déterminer de façon **rapide** les paramètres physico-chimiques des intrants (pour la co-digestion) ainsi que des digestats (pour la valorisation)
- 2. Détecter durant la méthanisation de façon précoce les dysfonctionnements et prendre les dispositions pour rétablir la situation si besoin

→ Fiabiliser le fonctionnement

Comment déterminer les paramètres P-C d'intérêt industriel des boues et autres biodéchets de façon rapide?

Utilisation de méthodes alternatives: **la spectrométrie de fluorescence 3D (SF3D)** seule ou avec **la spectrométrie proche infrarouge (SPIR)**

- Utilisation de la SPIR seule, classiquement, sur des échantillons de boues séchées
- Utilisation de la SF3D sur des extraits de boues séchées pour vérifier l'apport de la SF3D utilisée seule ou bien en combinaison avec la SPIR
- Utilisation de la SF3D qui fonctionne en présence d'eau sur le surnageant → caractérisation en ligne, accès possible dans les STEU après la centrifugation (difficile avec la SPIR)

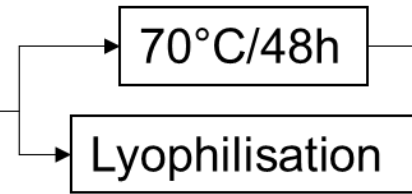
Hypothèse : la MOD du contrat est représentative de l'ensemble de la MO de la boue

- Tests faits en amont → la MOD représente environ **1/3** de la MO total
- La SF3D est donc pertinente

1. Suivi des boues d'épuration et autre biodéchets durant la digestion anaérobie en pilotes voies sèche et liquide
2. Campagnes de caractérisation des boues épaissies après centrifugation et de leur centrat

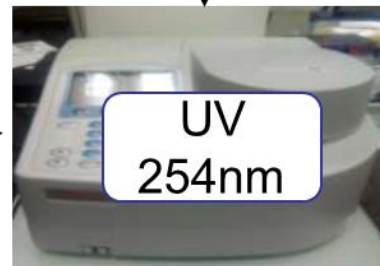
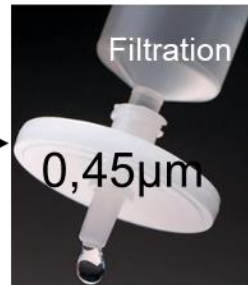
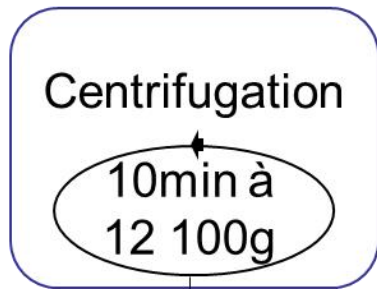
SPIR Paramètres d'analyses :

Résolution : 8cm^{-1} , nombre de scans : 136 scans, masse nécessaire : 5g



Fluo 3D Paramètres d'analyses :

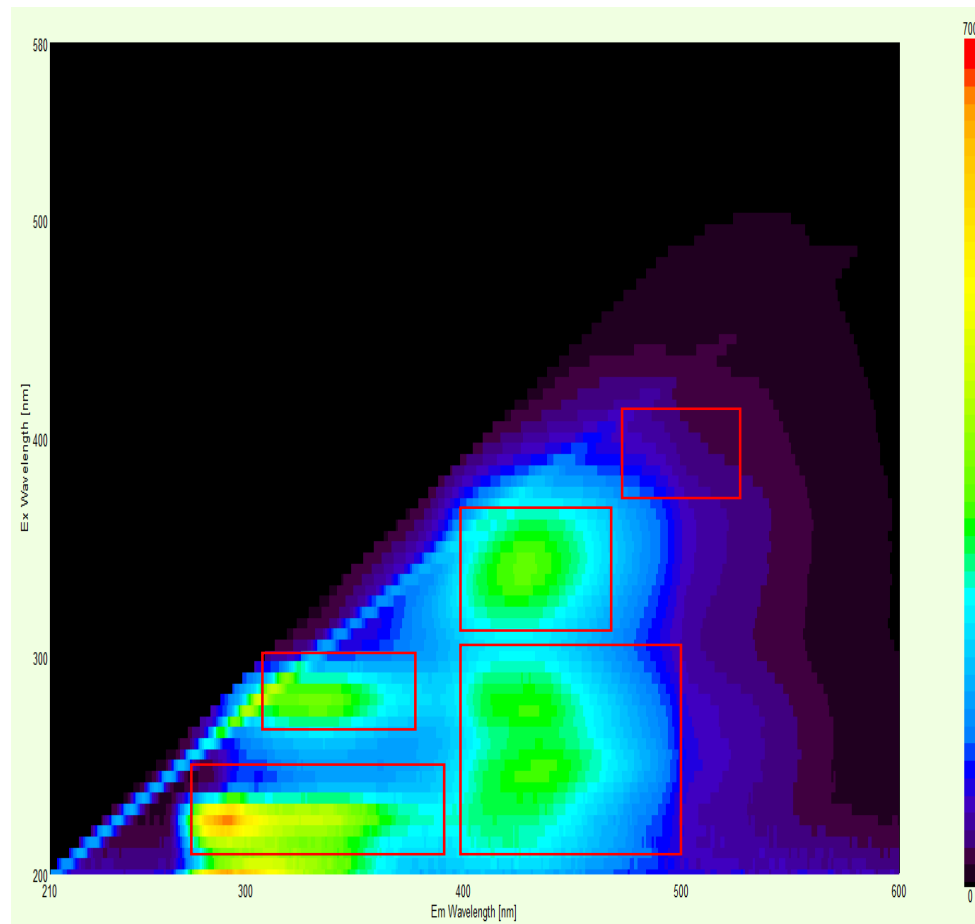
Gamme d'excitation : 210 - 450 nm, gamme
émission : 200 - 600 nm, vitesse de scan :
1000 nm/min



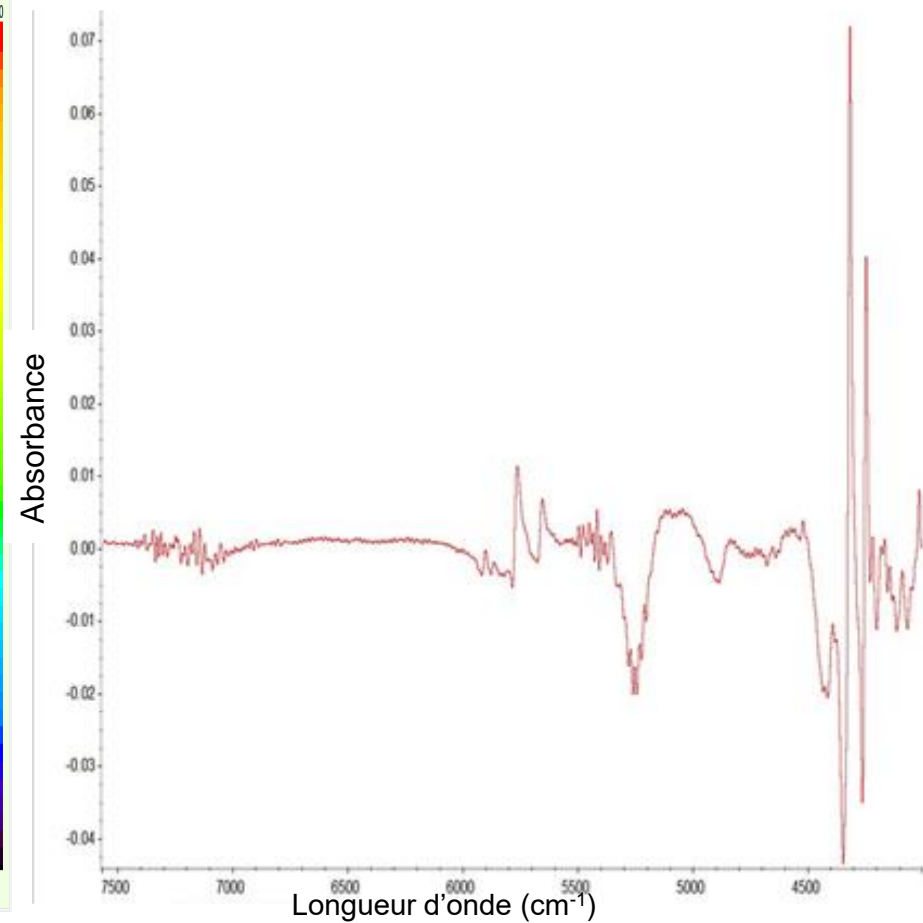
Si A > 0,05
Si A < 0,05



Dilution (sans filtration)



Spectre de SF3D d'une boue mixte digérée en voie liquide



Spectre de SPIR d'une boue mixte digérée en voie liquide

1. Suivi des boues d'épuration et autre biodéchets durant la digestion anaérobie en pilotes (voie sèche et voie liquide)

● Objectif :

- Détecter durant la méthanisation de façon précoce les dysfonctionnements
- Connaitre la qualité du digestat à des fins agricoles


● Test :

- Mesures régulières des intrants et digestats en SF3D et SPIR



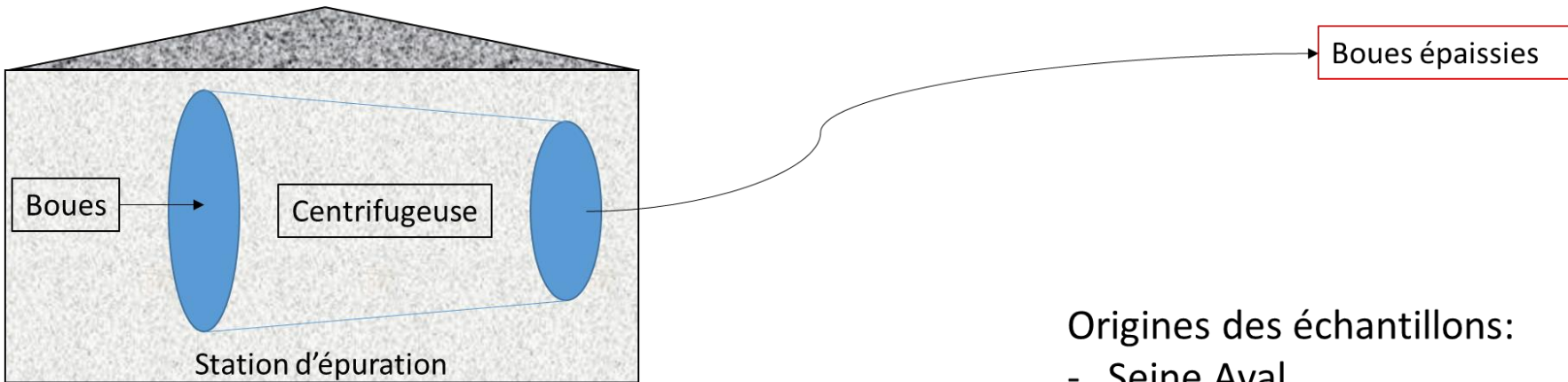
Recherche de corrélations entre les paramètres issus de la SF3D et les paramètres P-C mesurés (en cours)

2. Campagnes de caractérisation des boues épaissies après centrifugation et de leur centrat

- **Objectif** : Développer une méthode rapide (voire *in situ*) de mesure des paramètres P-C basée sur l'analyse du centrat
- Application de la méthode de référence : la SPIR sur des échantillons secs
- Amélioration de la méthode de référence sur le sec avec la SF3D (en combinaison ou seule)
-  Utilisation de la SF3D directement sur le centrat (plus rapide)

Tests :

- Analyses de la bibliothèque de boues du SIAAP
- Campagnes d'échantillonnage de boues fraîches



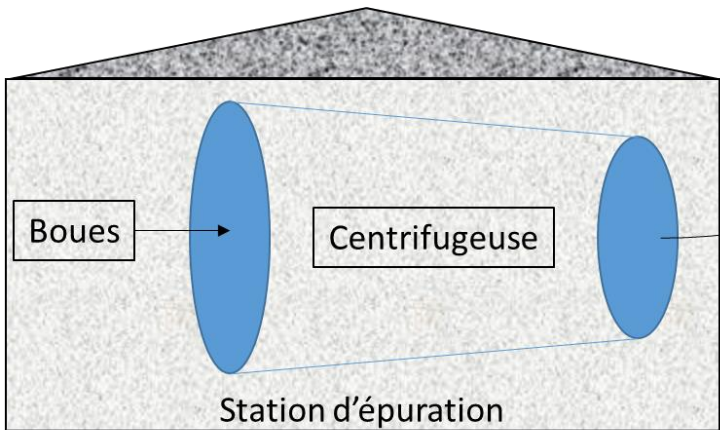
Types de boues :

- Boues de traitement primaire
- Boues de traitement biologique
- Boues mixtes de la bêche de répartition générale
- Boues mixtes
- Boues physico-chimiques

Origines des échantillons:

- Seine Aval
- Seine Centre
- Seine Grésillon

Déterminer le BMP avec la spectrométrie (fluo3D seule ou avec SPIR)



Analyses physico-chimiques :
 MS, MV, DCO, COT, NTK, P_{tot},
 NH₄, NO₃, NO₂, PO₄, pH, AGV,
 TA/TAC

Boues épaissies

Séchage

Potentiel méthanogène

Fluo3D

NIRS

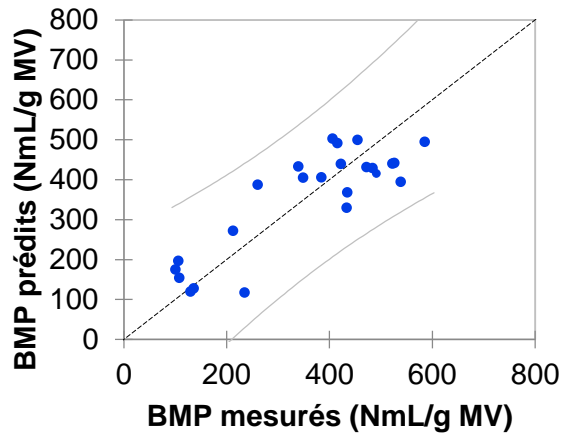
Mesure en SPIR et en Fluo3D
 Mesure du BMP avec la méthode de référence (AMPTS)
 Mesures des paramètres P-C

Types de boues :

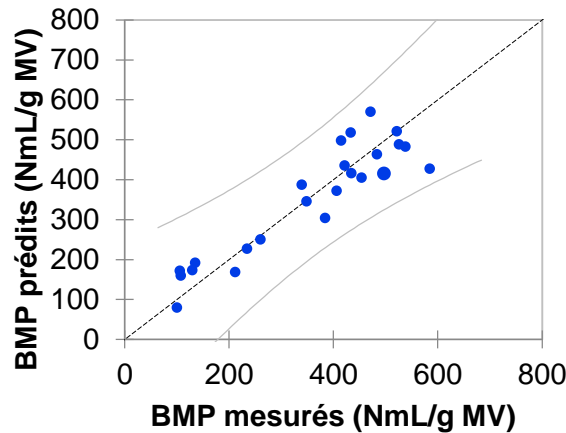
- Boues de traitement primaire
- Boues de traitement biologique
- Boues mixtes de la bêche de répartition générale
- Boues mixtes
- Boues physico-chimiques

Première corrélation sur 24 boues de la bibliothèque de boues du SIAAP

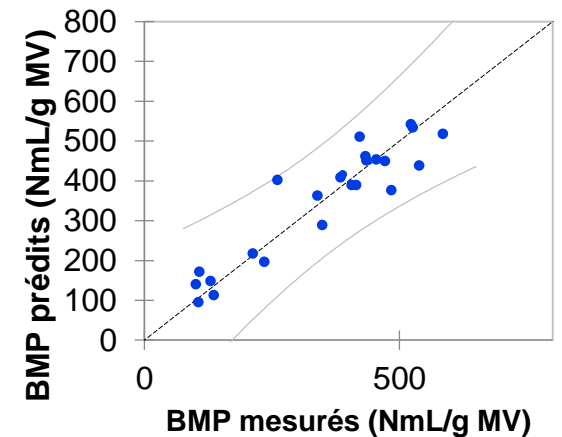
Prédiction du potentiel méthanogène par RLM fait avec la SPIR



Prédiction du potentiel méthanogène par RLM fait avec la SF3D

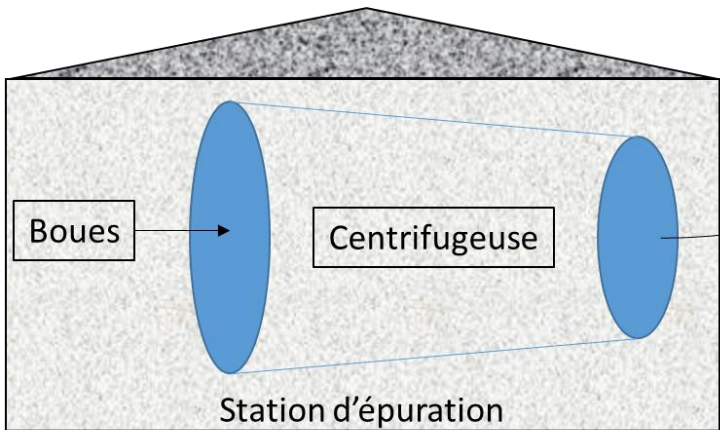


Prédiction du potentiel méthanogène par RLM fait avec la SPIR et la SF3D



Nb. de variables explicatives	5	Nb. de variables explicatives	6	Nb. de variables explicatives	6
R ²	0,74	R ²	0,85	R ²	0,87
R ² ajusté	0,66	R ² ajusté	0,79	R ² ajusté	0,82
MCE	8362,7	MCE	5045,54	MCE	4363,01
RMCE	91,45	RMCE	71,03	RMCE	66,05

Amélioration de la prédiction



Analyses physico-chimiques :
 MS, MV, DCO, COT, NTK, P_{tot},
 NH₄, NO₃, NO₂, PO₄, pH, AGV,
 TA/TAC

Boues épaissies

Séchage

Potential méthanogène

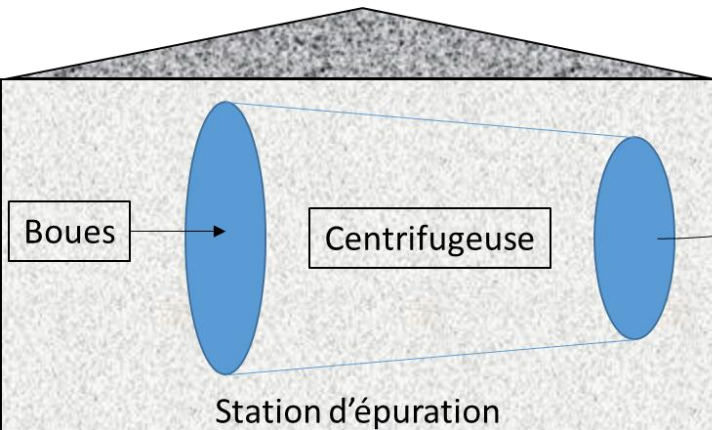
Fluo3D

NIRS

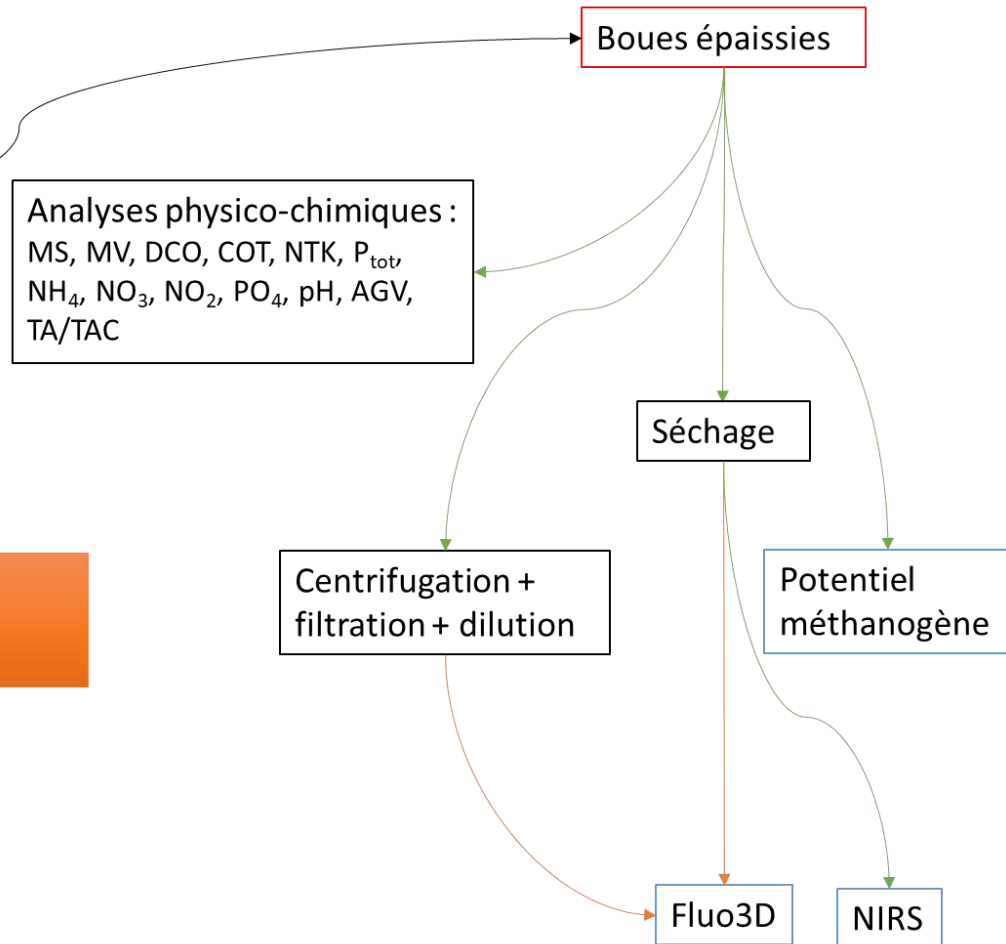
Etape de séchage longue

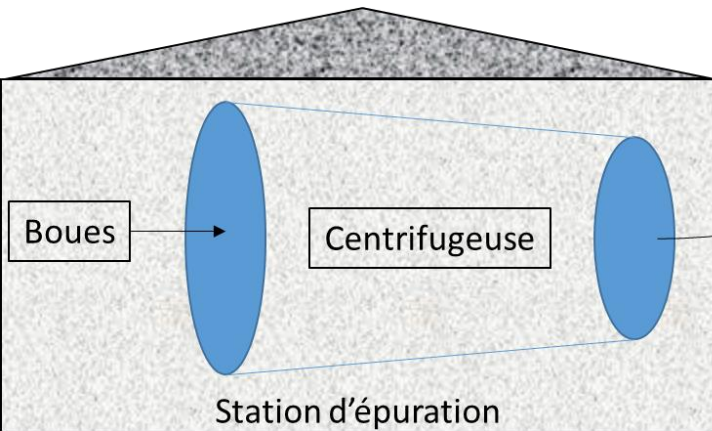
Types de boues :

- Boues de traitement primaire
- Boues de traitement biologique
- Boues mixtes de la bêche de répartition générale
- Boues mixtes
- Boues physico-chimiques



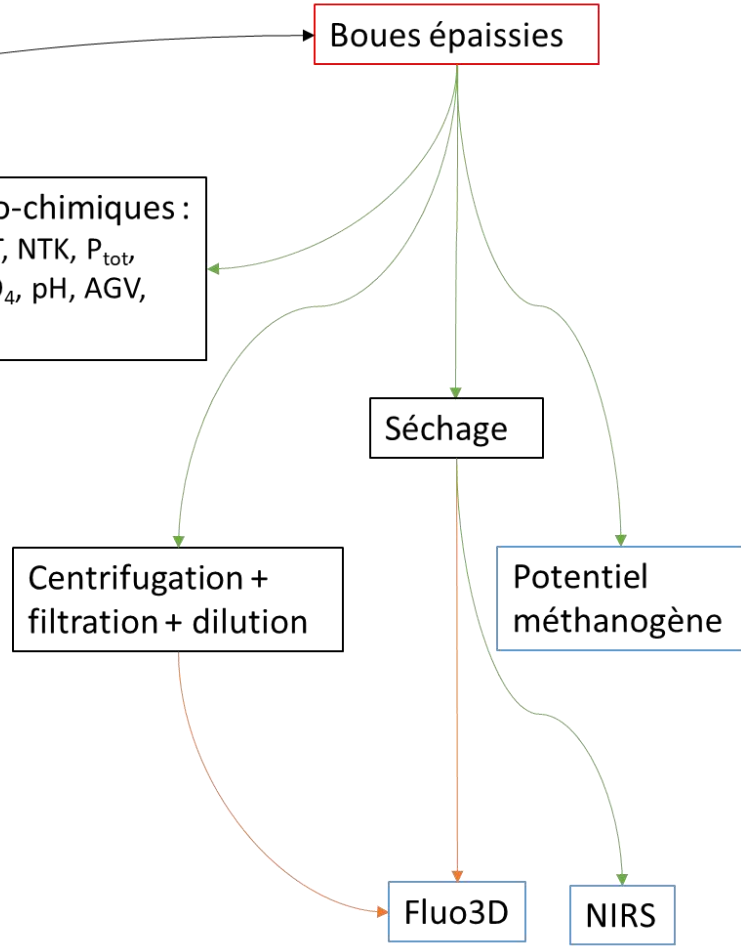
Mesure en Fluo3D sur le surnageant des boues fraîches

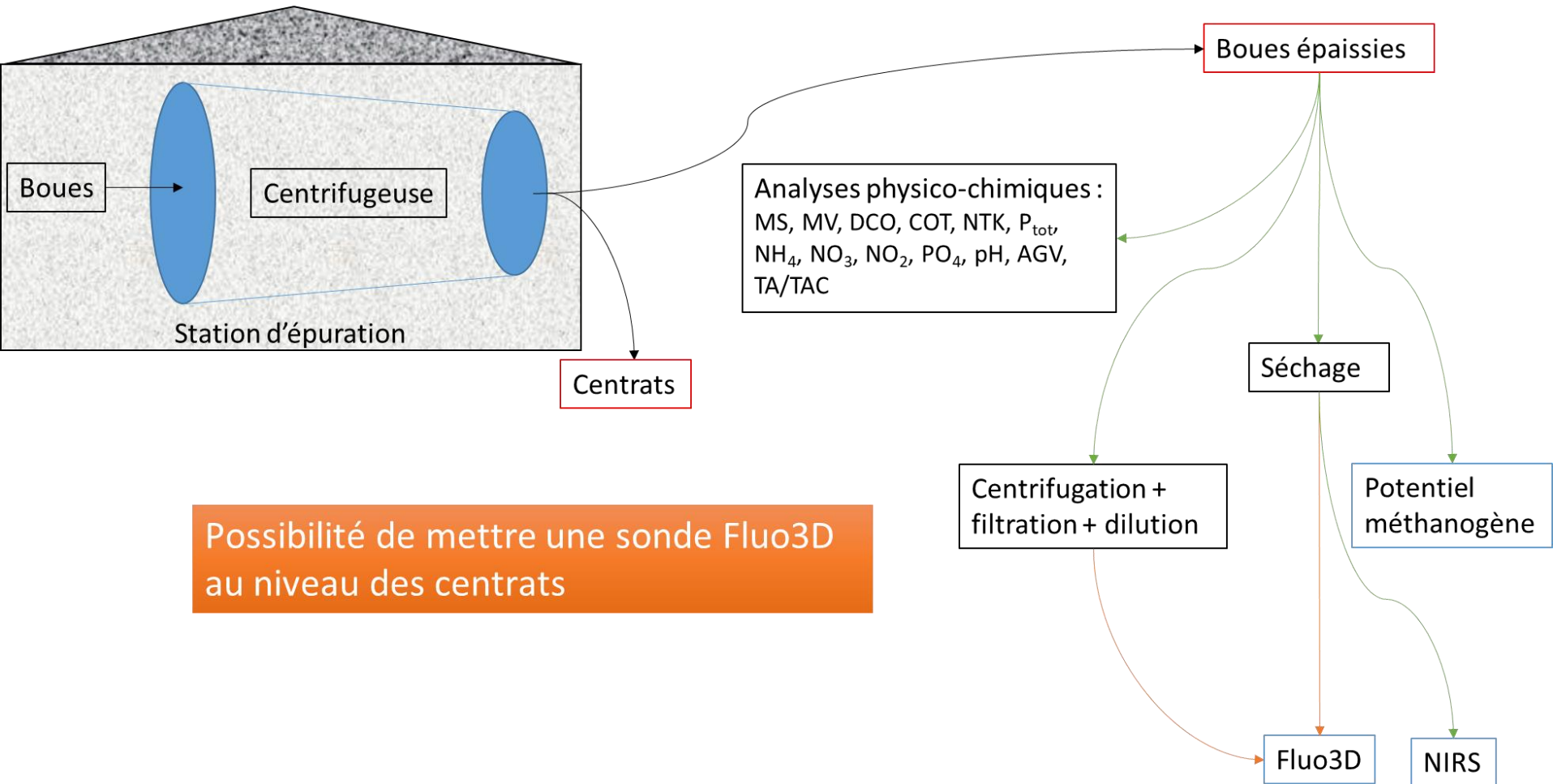


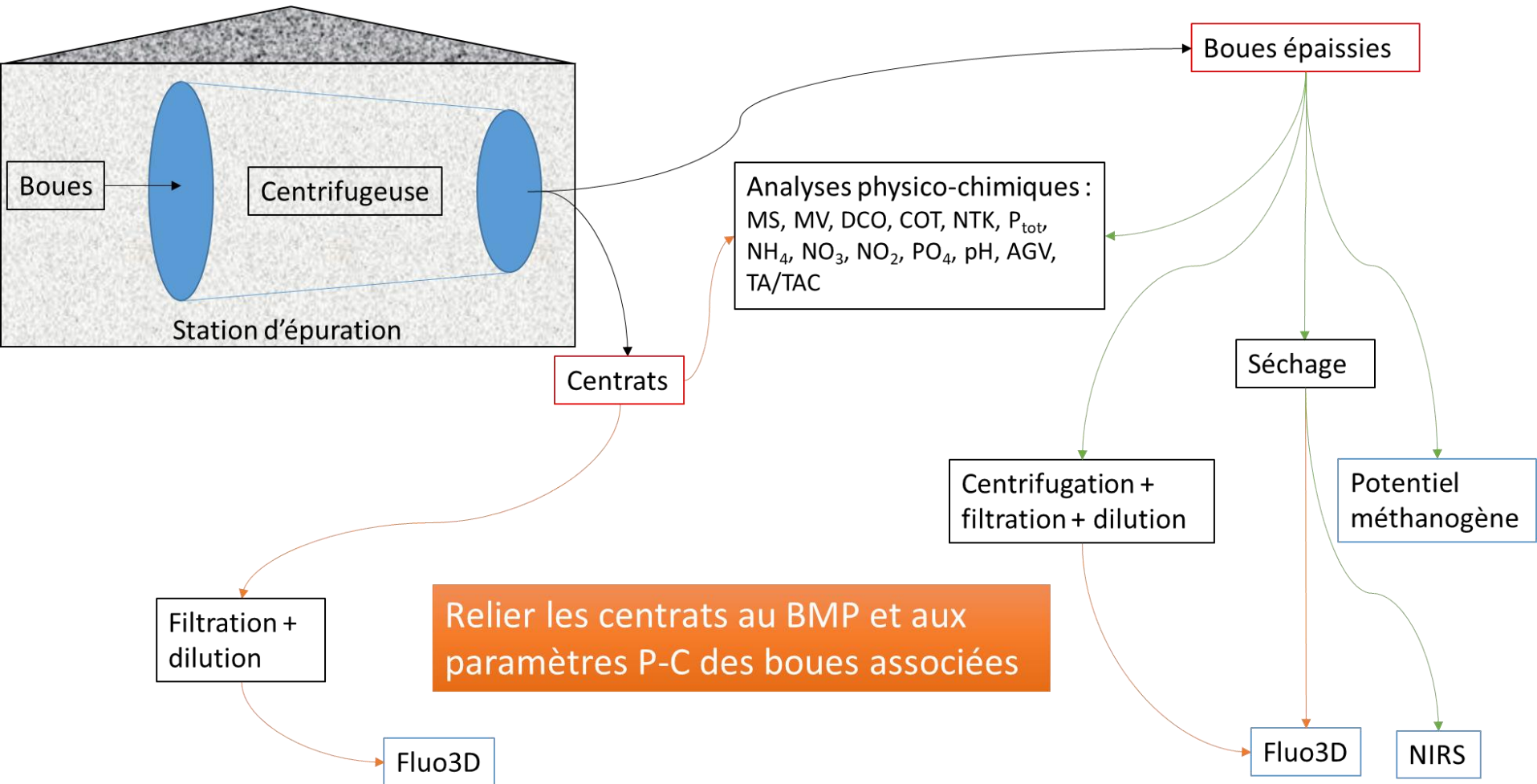


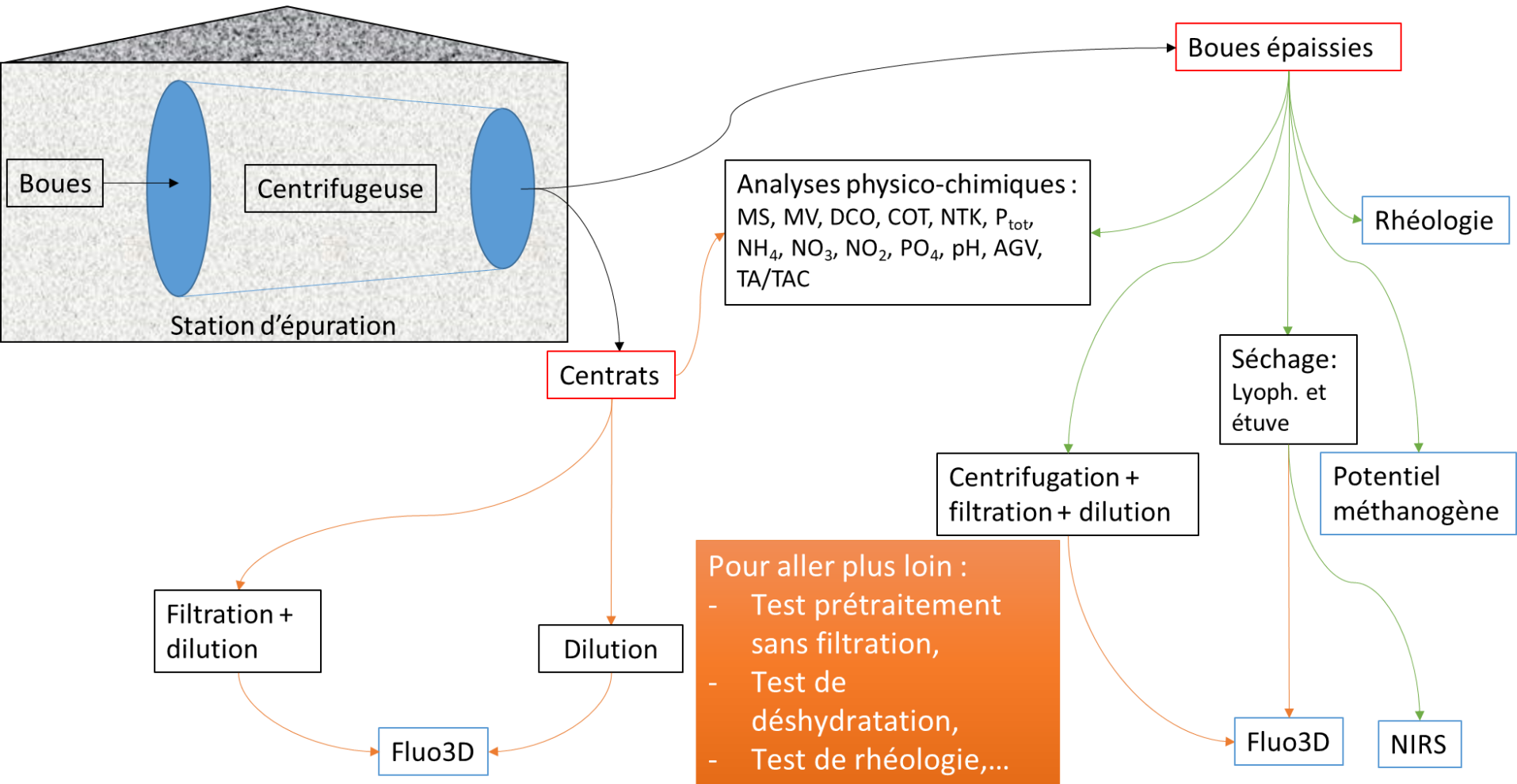
Analyses physico-chimiques :
 MS, MV, DCO, COT, NTK, P_{tot},
 NH₄, NO₃, NO₂, PO₄, pH, AGV,
 TA/TAC

Comment faire des mesures en ligne?
 Boues trop sombres pour la Fluo3D et
 trop d'eau pour la SPIR











Merci pour votre attention